

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-218680

(43)Date of publication of application : 29.09.1986

(51)Int.Cl.

C09K 3/14
B24B 37/04

(21)Application number : 60-061415

(71)Applicant : SANYO CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 25.03.1985

(72)Inventor : GENJIDA FUMIHIDE
KAWACHI TOMIO

(54) LIQUID FOR POLISHING

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a polishing liquid containing abrasive grains resistant to precipitation with time and feedable stably to a polisher, by using a water-soluble polymer containing an essential constituent component comprising an unsaturated monomer having a specific functional group.

CONSTITUTION: Diamond abrasive grains are dispersed in a dispersion medium composed of water and a water-soluble polymer containing an essential constituent component comprising a monoethylenic unsaturated monomer having carboxylic acid (salt) group, amino group, hydroxyl group, ether group, amide group or quaternary ammonium salt group. The viscosity of the polishing liquid can be varied from a low level to a high level according to the use by changing the content and the molecular weight of the polymer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-218680

⑪ Int.Cl.⁴C 09 K 3/14
B 24 B 37/04

識別記号

庁内整理番号

6683-4H
7712-3C

⑬ 公開 昭和61年(1986)9月29日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 研磨加工液

⑮ 特 願 昭60-61415

⑯ 出 願 昭60(1985)3月25日

⑰ 発 明 者 源 氏 田 文 秀 八幡市男山雄徳8
⑱ 発 明 者 河 内 富 雄 京都市東山区今熊野南谷町4-18
⑲ 出 願 人 三洋化成工業株式会社 京都市東山区一橋野本町11番地の1

明 細 書

1. 発明の名称

研磨加工液

2. 特許請求の範囲

1. カルボン酸(塩)基、アミノ基、水酸基、エーテル基、アミド基および第4級アンモニウム塩基からなる群より選ばれる基を含有するモノエチレン性不飽和単量体(a)を必須構成成分とする水溶性重合体(A)、水およびダイヤモンド砥粒を含有することを特徴とする研磨加工液。

2. (a)がカルボン酸(塩)基および/またはアミノ基含有モノエチレン性不飽和単量体である特許請求の範囲第1項記載の加工液。

3. (A)の含有量が加工液の重量に基づいて0.1~50%である特許請求の範囲第1項または第2項記載の加工液。

4. ダイヤモンド砥粒の平均粒径が20 μ 以下である特許請求の範囲第1項~第3項のいずれか一項に記載の加工液。

5. ダイヤモンド砥粒の含有量が加工液の重量に基づいて、0.1~10%である特許請求の範囲第1項~第4項のいずれか一項に記載の加工液。

8. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は研磨加工液に関するものである。

〔従来の技術〕

従来、研磨加工液としてグリセリンのような増粘剤を加えた水に、酸化マグネシウムなどの砥粒を混合したものがあつた(特開昭55-139479号公報)。

しかしながらこのものは、砥粒が経時的に沈降しやすいため、砥粒の含有量の少ない加工液が被研磨材料に供給され研磨所要時間が長くなつたり、加工液を供給する前にあらかじめ攪拌混合する必要があり、作業性を著しく低下させるという問題点を有している。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明者らは、砥粒が経時的に沈降しにくく、

安定に供給しやすい研磨加工液を得るべく鋭意検討した結果、本発明に到達した。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、カルボン酸（塩）基、アミノ基、水酸基、エーテル基、アミド基および第4級アンモニウム塩基からなる群より選ばれる基を含有するモノエチレン性不飽和単量体(a)を必須構成成分とする水溶性重合体(W)、水およびダイヤモンド砥粒を含有することを特徴とする研磨加工液である。

本発明における水溶性重合体の必須構成成分であるモノエチレン性不飽和単量体としては、下記単量体およびこれらの二種以上の混合物があげられる。

1. カルボン酸（塩）基含有単量体

(1) カルボン酸基含有単量体：モノエチレン性不飽和モノまたはポリカルボン酸たとえば（メタ）アクリル酸（アクリル酸および／またはメタアクリル酸を意味する。以下同様の表現を用いる）、マレイン酸およびフマル酸。

(2) カルボン酸無水物基含有単量体：モノエチレ

ニルピリジン類（2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-ビニルピリジン）、N-ビニルイミダゾールまたはこれらとモノカルボン酸たとえば酢酸、プロピオン酸との塩。

3. 水酸基含有単量体：モノエチレン性不飽和アルコールたとえば（メタ）アリルアルコール；ポリオール（アルキレングリコール、グリセリン、ポリオキシアルキレングリコールなど）のモノエチレン性不飽和エステルたとえばヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、トリエチレングリコール（メタ）アクリレートおよび特開昭 51-112447 号公報記載の単量体。

4. エーテル基含有単量体（但し水酸基含有以外のもの）：モノエチレン性不飽和モノまたはポリカルボン酸のアルキレンオキシド付加型化合物のアルキル（ $C_1 \sim C_4$ ）エーテルたとえば（メタ）アクリル酸エチレンオキシド（2モル）付加物メチルエーテル、モノエチレン性不飽和アルコールのアルキル（ $C_1 \sim C_4$ ）エーテルたとえば（メ

ン性不飽和ポリカルボン酸無水物たとえば無水マレイン酸。

(3) カルボン酸塩基含有単量体：モノエチレン性不飽和モノまたはポリカルボン酸の水溶液（アルカリ金属（Na, Kなど）塩、アンモニウム塩、アミン（アルカノールアミンたとえばトリエタノールアミン、低級アルキルアミンたとえばメチルアミンなど）塩など）たとえば（メタ）アクリル酸ナトリウム、（メタ）アクリル酸トリエタノールアミン塩、マレイン酸ナトリウム、マレイン酸メチルアミン塩。

2. アミノ基含有単量体：モノエチレン性不飽和モノまたはジカルボン酸のアミノ基含有エステル（ジアルキルアミノアルキルエステル、ジヒドロキシアリルアミノエステル、モルホリノアルキルエステルなど）たとえばジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、モルホリノエチル（メタ）アクリレート、ジメチルアミノエチルフマレート；複素環式ビニル化合物たとえば

タ）アリルアルコールのメチルエーテル、および特開昭 51-112447 号公報記載の単量体。

5. アミド基含有単量体：（メタ）アクリルアミド；N-アルキル（メタ）アクリルアミドたとえばN-メチルアクリルアミド；N,N'-ジアルキル（メタ）アクリルアミドたとえばN,N'-ジメチルアクリルアミド；N-ヒドロキシアリル（メタ）アクリルアミドたとえばN-ヒドロキシエチル（メタ）アクリルアミド；N,N'-ジヒドロキシアリル（メタ）アクリルアミドたとえばN,N'-ジヒドロキシエチル（メタ）アクリルアミド；ビニルラクタム類たとえばN-ビニルピロリドンなど。

6. 第4級アンモニウム塩基含有単量体：N,N,N'-トリアルキル-N-（メタ）アクリロキシアルキルアンモニウム塩たとえばN,N,N'-トリメチル-N-（メタ）アクリロキシエチルアンモニウムクロリドおよび英国特許第1084296号記載の単量体。

以上の単量体のうち水溶性重合体を形成しやすい

いという観点から好ましいものは、カルボン酸（塩）基およびアミノ基含有単量体であり、特に好ましいものは（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリル酸ナトリウム、（メタ）アクリル酸トリエタノールアミン塩、ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレートと酢酸との塩、ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレートとプロピオン酸との塩である。

本発明における単量体は該単量体と共重合しうる水不溶性単量体と併用してもよい。このような水不溶性単量体としてはエステル基含有単量体たとえばモノエチレン性不飽和カルボン酸の低級アルキル（ $C_1 \sim C_8$ ）エステル（メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、2-エチルヘキシル（メタ）アクリレートなど）；モノエチレン性不飽和アルコールのエステルたとえば酢酸ビニル、酢酸（メタ）アリル；ニトリル基含有単量体たとえば（メタ）アクリロニトリル；スチ

体のトリエタノールアミン塩。

重合体Ⅱ5：マレイン酸／アクリル酸／2-ヒドロキシエチルメタアクリレート（80：60：10）共重合体のトリエタノールアミン塩。

上記において（）内は単量体の重量比を示す。

本発明において使用する重合体は公知の方法で製造することができる。たとえば前述の単量体の場合によつては水不溶性単量体とともに重合開始剤（たとえば過酸化ベンゾイルなどの過氧化物、アゾビスイソブチロニトリルなどのアゾ化合物、過硫酸ナトリウムなどの過硫酸塩）の存在下で通常40～160℃程度で重合させることによつて得ることができる。また加水分解により水溶性となる水不溶性単量体たとえば少なくとも1個の加水分解性基（エステル基、ニトリル基など）を有する単量体（酢酸ビニル、アクリロニトリルなど）を用いて重合させ、次いで加水分解を行つて得ることもできる。

このようにして得られた重合体は液状または固

レン系単量体たとえばスチレン、 α -メチルスチレンなどがあげられる。

水不溶性単量体の含有量は全単量体中通常50重量%以下、好ましくは20重量%以下である。

本発明において使用する重合体としては、前述の単量体の単独または共重合体、前述の単量体と水不溶性単量体との水溶性共重合体が使用できる。

本発明における重合体を例示すれば下記の通りである。

重合体Ⅱ1：アクリル酸／2-ヒドロキシエチルメタアクリレート／メチルアクリレート（78：26：1）共重合体のナトリウム塩。

重合体Ⅱ2：ジメチルアミノエチルメタアクリレート重合体のプロピオン酸塩。

重合体Ⅱ3：マレイン酸／アクリル酸／メチルメタアクリレート（80：60：10）共重合体のナトリウム塩。

重合体Ⅱ4：アクリル酸／2-ヒドロキシエチルメタアクリレート（70：30）共重合

体であり、その粘度は通常100～20000cps（好ましくは100～10000cps（50%水溶液について30℃で測定））である。

本発明における重合体は特開昭54-43188号公報に記載の重合体と併用して使用することもできる。使用する場合、本発明における重合体は全重合体中で通常20重量%以上、好ましくは50重量%以上使用される。

本発明におけるダイヤモンド砥粒は天然から得られたものでも、また人工的に合成されたものでもよい。その平均粒径は通常20 μ 以下好ましくは10 μ 以下である。平均粒径が20 μ より大きいものは、研磨所要時間は短縮されるが研磨加工面の表面粗さが大きくなり、さらに粒径の小さい砥粒を使用した加工液で再度研磨加工する必要がある。また水中に安定に分散させることが困難である。

本発明の加工液には必要により添加剤を加えることができる。このような添加剤としては防錆、防食剤たとえば有機アミン（モノエタノールアミン、トリエタノールアミン、シクロヘキシルアミ

ン、モルホリンなど)、有機アミン誘導体(上記アミンのアルキレンオキシド付加物、脂肪酸アミドなど)、脂肪族または芳香族カルボン酸(カプリル酸、オレイン酸、ダイマー酸、アルケニルコハク酸、安息香酸など)およびこれらカルボン酸のアルカリ金属塩、アミン塩など、PH調整剤たとえば上記アミンやアルカリ金属の水酸化物など、および消泡剤たとえばシリコン化合物やポリエーテル化合物などをあけることができる。

本発明の加工液の処方を示せば下記の通りである。(％は加工液の重量に対する％で示す。)

重 合 体 通常 0.1～50％(好ましくは 1～30％)

ダイヤモンド砥粒 通常 0.1～10％(好ましくは 0.2～5％)

水 通常 35～99.8％(好ましくは 62～98.7％)

添 加 剤 通常 0～5％(好ましくは 0.1～3％)

上記において重合体の含有量が 0.1％より少ない

とダイヤモンド砥粒を水中に安定に分散させる効果が小さくなり、また50％をこえると加工液の粘度が高くなり取扱いにくい。

ダイヤモンド砥粒の含有量が 0.1％より少ないと研磨所要時間が長くなり、また10％をこえると被研磨材料表面の端ダレ量が大きくなり、添加しただけの効果はみられず経済的に不利である。

本発明の加工液の製造は、あらかじめ重合体を溶解させた水にダイヤモンド砥粒を混合して攪拌により分散させる方法でも、また、重合体、水およびダイヤモンド砥粒を同時に混合して攪拌により分散させる方法でもよい。添加剤成分は重合体によりダイヤモンド砥粒を水に分散させた後でも、またこれら 3 成分と同時に加えて溶解させてもよい。攪拌方法としてはマグネチックスターラー、羽根式攪拌機、ホモミキサーなどを用いる方法があげられるがいずれの方法によつて攪拌してもよい。また必要に応じて攪拌時加熱をしてもよい。

本発明の加工液が用いられる被研磨材料としては、セラミックス(珪石系、アルミナ系、炭化ケ

イ素系、窒化ケイ素系など)、金属(鋼、ステンレス、アルミニウム、銅、ニッケルなど)、プラスチック(ナイロン、ポリアセタール、ポリカーボネート、変性ポリフエニレンオキサイドなど)、ガラスおよびこれらの複合材料(セラミックスフェライトなど)があげられる。

このような被研磨材料は一般に従来より用いられているラッピングマシン(日本エンギス社製、スピードファム社製、ワシノ機械製、不二越機械工業製)などで研磨される。

本発明の加工液の適用法は、従来の加工液の適用法と同様でよく、たとえば研磨加工においてラッププレートに加工液を滴下またはスプレーすればよい。

(実施例)

以下実施例により本発明をさらに説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。実施例中の％は重量基準である。

実施例 1～10、比較例 1～3

本発明の加工液を表 1 の通り作成した。

表 1

成分	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
水	92.0	92.0	92.0	92.0	78.0	96.0	84.0	92.5	91.0	78.9
ダイヤモンド砥粒 (平均粒径 0.05 μ)	1.0	1.0	1.0			0.5	5.0			
“ (平均粒径 0.5 μ)				1.0				0.5	2.0	
“ (平均粒径 5 μ)					1.0					0.1
重合体 ^{★1} 点 1 (約 40%) 水溶液	6.0			6.0		2.5				
重合体 点 2 (約 40%) 水溶液		6.0			25.0			6.0	6.0	
重合体 点 3 (約 40%) 水溶液			6.0				10.0			25.0
防 腐 剤	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

★1 重合体 点 1 は発明の詳細な説明に記載の重合体 点 1 を示す。(以下同様)

本発明の加工液および比較例として市販の加工液を用いて行った経時安定性結果を表-2に示す。

表-2

静置時間	実 施 例										比較例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3
0時間	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	×	×
3	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×
5	○	○	○	○	△	○	○	○	○	○	×	×	×
10	○	○	○	○	△	△	○	○	△	○	×	×	×

なお比較例1および2は、いずれも平均粒径0.5 μ のダイヤモンド砥粒を1%含有する水を分散媒とした加工液である。比較例3は特開昭55-139479号公報の発明の詳細な説明に記載されている加工液の組成（粒径0.08～0.1 μ の酸

化マグネシウムをグリセリンと水の混合液に加えたもの）に準じて、酸化マグネシウムの代りに平均粒径0.1 μ のダイヤモンド砥粒を使用し、ダイヤモンド砥粒1.0%、グリセリン2.5%および水96.5%の割合で混合したものである。

経時安定性試験は各加工液を室温で静置し、分散状態を肉眼で観察した。尚、表-2中の記号は次の通りである。

○：均一に分散

△：やや分散

×：分散

表-2の結果から本発明の加工液は分散安定性が極めて良好であることがわかる。

実施例 1 1

実施例8の加工液を用いてセラミックとフエライトの複合材料よりなる磁気ヘッドを研磨加工したところ、比較例1にくらべ表面粗さは

ほとんど同じであったが、研磨所要時間が約2/3に短縮され、かつ加工後の水洗処理も比較例1の2～3回に対し1回で十分であるとの結果を得た。尚、研磨機械としてはエンギス社製のハイプレス自動精密鏡面ラッピングマシン Model12を用いた。

【発明の効果】

本発明の加工液は下記の効果奏する。

- (1) 加工液の分散安定性がよく、経時的に砥粒が沈降しにくい。
- (2) 一定量のダイヤモンド砥粒を被研磨材に安定に供給できるため作業性が向上する。

に供給できるため作業性が向上する。

- (3) 重合体の含有量および分子量を変えることにより低粘度の加工液から高粘度の加工液まで目的にあわせたものを使用できる。
- (4) 高品質、高精度の研磨加工面を得ることができる。
- (5) 水を分散媒にしているため火災の危険性がない。
- (6) 被研磨材料から加工液の除去が容易である。
- (7) 本発明の加工液はセラミック、金属、ガラス、プラスチックなどの材料の表面研磨に有用である。
- (8) 砥粒そのもののもっている特性を損うことがない。

上記効果を奏することから、本発明の加工液は電子部品分野の著しい進歩に伴い望まれてきている電子部品材料の高品質、高精度の表面研磨加工に有用である。

特許出願人 三洋化成工業株式会社

